

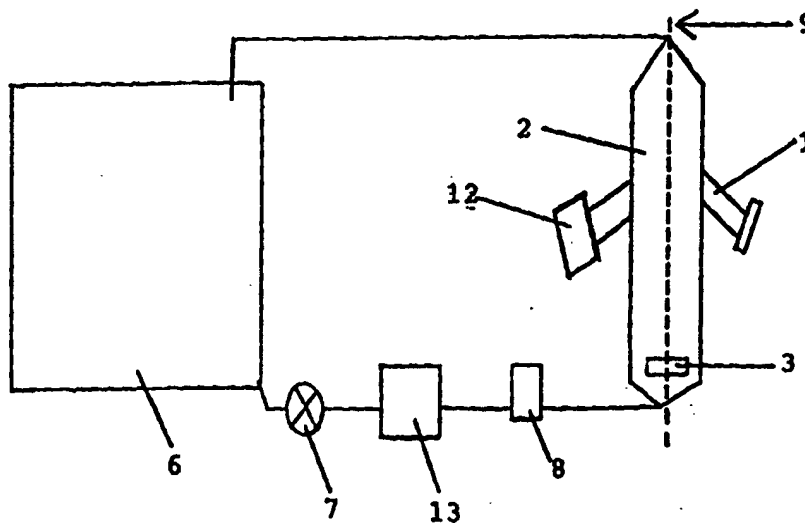


DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : C02F 1/36, 1/32, 1/48, 1/72, A61L 2/02, B01J 19/10	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 98/01394 (43) Date de publication internationale: 15 janvier 1998 (15.01.98)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/BE97/00078 (22) Date de dépôt international: 4 juillet 1997 (04.07.97) (30) Données relatives à la priorité: 9600613 4 juillet 1996 (04.07.96) BE (71)(72) Déposants et inventeurs: CORDEMANS DE MEULENAER, Eric [BE/BE]; Chemin Ducal 26, B-1970 Wezembeek-Oppem (BE). HANNECART, Baudouin [BE/BE]; Nisramont 30, B-6983 La Roche-en-Ardenne (BE). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): LEPELTIER, Marie-Françoise [FR/FR]; Route de Néhoux, F-50390 Saint-Sauveur-le-Vicomte (FR). CANIVET, Yves [BE/BE]; Rue du Maquis 130, B-1140 Evere (BE). (74) Mandataires: VAN MALDEREN, Eric etc.; Office Van Malderen, Place Reine Fabiola 6/1, B-1083 Bruxelles (BE).	(81) Etats désignés: CA, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>	

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR TREATING A LIQUID MEDIUM**(54) Titre:** DISPOSITIF ET PROCÉDE DE TRAITEMENT D'UN MILIEU LIQUIDE**(57) Abstract**

A device for treating a liquid medium is disclosed. The device includes a compartment (2) communicating with the vessel (6) for the liquid medium to be treated and comprising a transmitter (1) for transmitting high-frequency ultrasound (4) into the compartment (2), and a generator (3) for generating microbubbles (5) with an average diameter of less than 1 mm, said transmitter and said generator being arranged in such a way that the microbubbles (5) are released into the field of the ultrasound (4) transmitted into the compartment (2). The use of said device for removing undifferentiated cells or microorganisms such as algae, bacteria, viruses, etc., and/or supersaturating said liquid medium with salts, is also disclosed.

**(57) Abrégé**

La présente invention concerne un dispositif de traitement d'un milieu liquide, caractérisé en ce qu'il comprend, communiquant avec un réservoir (6) du milieu liquide à traiter, un compartiment (2) comportant un émetteur (1) d'ultrasons de hautes fréquences (4) émis vers l'intérieur du compartiment (2) et un émetteur (3) de microbulles (5) présentant un diamètre moyen inférieur à 1 mm, lesdits émetteurs étant disposés de manière à assurer l'émission des microbulles (5) dans le champ des ultrasons (4) émis dans le compartiment (2). La présente invention concerne également l'utilisation du dispositif selon l'invention pour éliminer des cellules non différenciées ou des micro-organismes tels que des algues, des bactéries, des virus, etc. et/ou provoquer une sursaturation en sels dudit milieu liquide.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brazil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakhstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

5

DISPOSITIF ET PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN MILIEU LIQUIDE10 Objet de l'invention

La présente invention concerne un nouveau dispositif et un procédé de traitement d'un milieu liquide destinés à éliminer des micro-organismes tels que des algues, des bactéries, des virus, etc., et/ou destinés à
15 permettre une sursaturation en sels dans le milieu liquide.

Arrière-plan technologique

Il est connu de l'homme de l'art que selon que l'on utilise des ultrasons de hautes fréquences ou de
20 basses fréquences, on obtient sur des fluides des effets différents. Pour obtenir des effets mécaniques, les basses fréquences (généralement comprises entre 16 et 100 kHz) sont régulièrement utilisées.

Ces effets mécaniques qui sont dus à la
25 cavitation, permettent par exemple de mélanger, d'émulsifier et de disperser des substances hétérogènes, de dégazer des liquides, etc. Ces effets mécaniques créent également de forts effets de cisaillement au sein des liquides, ce qui permet par exemple de perturber les
30 cellules vivantes présentes dans ce milieu et provoquer jusqu'à la rupture des parois de ce type de cellules.

Ces mêmes effets mécaniques sont également utilisés pour nettoyer des surfaces par l'action des microjets de liquide produits par l'implosion des bulles de cavitation. De même, le fait de pouvoir mélanger très
5 efficacement divers réactifs est utilisé de manière avantageuse pour favoriser les phénomènes de diffusion dans diverses réactions chimiques, surtout les réactions hétérogènes.

Si l'on utilise des hautes fréquences,
10 généralement comprises entre 300 kHz et plusieurs MHz, les phénomènes de cavitation deviennent relativement moins énergétiques, et les effets mécaniques sont plus réduits que lorsque l'on utilise des basses fréquences.

En appliquant des ultrasons de hautes
15 fréquences à un milieu liquide, la durée de vie des bulles de cavitation produites est fortement réduite, et l'on assiste à des phénomènes chimiques en phase homogène qui se distinguent radicalement de ceux observés avec l'application des fréquences plus basses.

20 Un paramètre propre à l'utilisation d'ultrasons de hautes fréquences est que malgré la faible énergie mécanique nécessaire pour obtenir un dégazage des solutions, l'effet obtenu est plus élevé que lorsque l'on applique des ultrasons de basses fréquences qui, eux,
25 nécessitent plus de puissance.

Etat de la technique

Il est connu de différents documents de l'état de la technique que l'emploi l'ultrasons permet la
30 détoxification de milieux liquides.

Le brevet américain US-5198122 décrit un procédé de détoxification de matériaux liquides et solides

comprenant différents composés organiques toxiques, consistant en l'adjonction au milieu d'un catalyseur comprenant un borohydrate de sodium ou un hydrate de lithium aluminium aux dits matériaux, qui sont ensuite
5 soumis aux ultrasons de manière à provoquer un phénomène de cavitation dans le mélange et à permettre la détoxication ou l'extraction plus aisée des substances contaminantes.

La demande de brevet allemand DE-4407564 décrit un procédé d'oxydation de substances organiques ou
10 de micro-organismes obtenu par addition d'oxydants (ozone) ou d'agents catalyseur de transfert de phase.

La demande de brevet japonais JP-930343777 (Marsima Aqua Syst. Corp.) décrit un procédé et une installation de purification d'un réservoir d'eau contenant
15 du plancton végétal. Dans le premier réservoir de cette installation, on inactive le plancton végétal au moyen d'un vibreur à ultrasons provoquant des phénomènes de cavitation dans l'eau. Le produit de ce traitement est ensuite transféré dans un second réservoir, où l'on
20 favorise la prédation du plancton animal sur le plancton végétal inactivé.

De même, il a été proposé dans différents documents (JP-900401407 (Ina Shokuhin Kogyo KK), JP-920035473 (Kubota Corp.), JP-920035472 (Kubota Corp.) et
25 JP-920035896 (Kubota Corp.) de provoquer l'élimination de substances organiques chlorées ou d'éliminer des micro-organismes par un phénomène de cavitation au moyen d'ultrasons et d'injections d'ozone, de peroxydes et/ou de catalyseurs.

30 La demande de brevet japonais JP-820010627 (Hitachi Kiden Kogyo KK) décrit un procédé d'élimination de spores d'algues par un effet mécanique provoqué par

l'utilisation d'ultrasons de hautes et basses fréquences, induisant la stérilisation et l'élimination des spores venant se fixer sur des plaques, et qui seront ensuite éliminés par l'effet purificateur de la cavitation des
5 ultrasons de basses fréquences.

Tous ces exemples précédents utilisent les effets mécaniques des ultrasons de basses fréquences.

Il est connu par la publication scientifique de Pétrier C. et al. (Journal of Physical Chemistry, No. 98
10 - 10514-10520 (1994)) que la dégradation sonochimique des phénols dans des solutions aqueuses varie en fonction de la fréquence d'émission des ultrasons. Selon ce document, le taux de dégradation sonochimique serait directement lié à la présence dans la solution de radicaux libres comme par
15 exemple $H\cdot$, $\cdot OH$ et $HOO\cdot$, provenant de la sonolyse de l'eau sous ultrasons. Selon ce document, la production de ces radicaux libres, en particulier les radicaux $\cdot OH$ et $\cdot OOH$, serait plus importante en travaillant avec l'émission d'ultrasons de hautes fréquences.

20 Comme il apparaît dans les illustrations de ce document, les radicaux produits par ultrasons induisent une fluorescence dont la distribution varie en fonction de la conception et du dessin de l'appareillage ainsi que de la fréquence d'émission des ultrasons. Cette fluorescence
25 induite par les radicaux produits sous ultrasons est mise en évidence par l'adjonction de luminol à la composition aqueuse.

Cependant, ce document ne suggère nullement que l'on pourrait utiliser le phénomène d'oxydation obtenu
30 par des ultrasons de hautes fréquences pour attaquer des micro-organismes présents dans ce milieu aqueux et obtenir

ainsi leur élimination.

Le brevet américain US-2717874 décrit un dispositif de traitement d'un milieu aqueux comprenant des micro-organismes, par l'adjonction de réactifs chlorés.

5 Ledit dispositif comprend une cloche (cellule) communiquant avec un réservoir du milieu aqueux à traiter, et comporte un émetteur d'ultrasons de hautes fréquences situé à la base de la cloche. En outre, la cloche présente un dispositif émetteur de bulles d'air au niveau du cône du
10 geyser.

La demande de brevet WO93/13674 décrit un procédé de pasteurisation de lait ou de produits lactés de manière à éliminer un certain nombre de micro-organismes tels que des bactéries, des virus, des spores, etc. Le
15 dispositif et le procédé décrits dans ce document sont basés sur l'utilisation de la cavitation obtenue à basses fréquences et à haute puissance pendant des temps d'application particulièrement longs.

La demande de brevet européen EP-A1-0633049
20 décrit un procédé de traitement d'un liquide par l'émission d'un champ d'ultrasons de manière à séparer les particules présentes dans ce liquide. Ce procédé utilise des hautes fréquences, qui permettent la séparation des microparticules par des champs d'ondes stationnaires dont
25 on modifie la position par une variation de phase ou de fréquence, qui entraîne les particules qui restent ainsi concentrées dans les zones de ventres ou de noeuds. Dans le cas de particules biologiques, ce dispositif permet de créer un bioréacteur où les particules solides de toute
30 nature restent confinées dans le champ ultrasonore, ce qui permet une filtration du milieu liquide. Il est à signaler que le dispositif permet d'obtenir la stérilisation de

matériaux biologiques et l'inactivation de micro-organismes.

Le brevet américain US-4961860 décrit un procédé de traitement de l'eau, de manière à éliminer les micro-organismes présents par l'émission d'ultrasons de puissance à basses fréquences. Cependant, ce dispositif requiert une consommation énergétique particulièrement importante, de manière à obtenir un effet mécanique éliminant les micro-organismes.

10

Buts de l'invention

La présente invention vise à fournir un dispositif et un procédé susceptibles de neutraliser, d'empêcher le développement et/ou d'éliminer de manière simple et peu coûteuse un certain nombre de cellules animales non différenciées telles que des cellules tumorales et/ou des micro-organismes d'un milieu liquide, en particulier des algues, des bactéries, des virus, etc., et qui ne présenteraient pas les inconvénients de l'état de la technique.

Un but particulier de la présente invention est de neutraliser, d'empêcher le développement et/ou d'éliminer lesdites cellules non différenciées ou micro-organismes, en particulier des algues, présents dans des milieux liquides tels que les eaux de piscine, les châteaux d'eau, les viviers, les aquariums ou tout autre réservoir d'eau, et par extension tout circuit industriel, par exemple un circuit de refroidissement, dont la qualité de l'eau est particulièrement importante, ou des liquides physiologiques tels que du sang ou du plasma, pouvant être extraits et/ou administrés à l'homme ou l'animal.

L'invention vise également à obtenir un dispositif et un procédé qui ne nécessitent pas l'adjonction de produits chimiques additionnels nécessaires pour obtenir les effets susmentionnés dans le milieu
5 traité.

Un autre but de l'invention est d'obtenir un dispositif et un procédé ne consommant pas beaucoup d'énergie.

Un but complémentaire de la présente
10 invention est d'obtenir un dispositif et un procédé permettant de traiter un milieu liquide avec des ultrasons n'engendrant pas de phénomène stationnaire.

Un dernier but de la présente invention est de fournir un dispositif et un procédé de traitement d'un
15 milieu aqueux, permettant de provoquer une sursaturation en sels du milieu liquide, c'est-à-dire permettant d'obtenir des concentrations en sels supérieures à la solubilité naturelle de ces sels dans le milieu aqueux.

20 Éléments caractéristiques de l'invention

La présente invention telle que représentée dans les figures 1 et 2 concerne un dispositif ou installation de traitement d'un milieu liquide, de préférence aqueux (contenant éventuellement des cellules
25 non différenciées ou des micro-organismes), caractérisé en ce qu'il comprend, communiquant de préférence avec un "réservoir" 6 du milieu liquide à traiter, un compartiment 2, de préférence de forme cylindrique ou à section carrée, ledit compartiment 2 comportant (le long de sa paroi) un ou
30 plusieurs émetteurs 1 d'ultrasons de hautes fréquences 4 émis vers l'intérieur du compartiment 2 (de préférence vers le centre de ce compartiment 2), et un ou plusieurs

émetteurs 3 de microbulles de gaz 5 disposés de manière à assurer l'émission des microbulles de gaz 5 dans le champ des ultrasons 4 émis dans le compartiment 2.

On entend par "microbulles", des bulles de gaz ayant un diamètre moyen inférieur à 1 mm, de préférence inférieur ou égal à 50 μm , plus particulièrement inférieur à 30 μm .

On entend par "cellules non différenciées", des cellules présentant un effet hyperpolifératif telles que des cellules tumorales, des cellules de moelle osseuse ou des cellules totipotentes, notamment des cellules d'algues, etc.

On entend par "micro-organismes" présents dans un milieu liquide que l'on désire traiter, tous micro-organismes pathogènes ou non pathogènes susceptibles de provoquer des désagréments à l'homme, l'animal ou aux installations de transport et de stockage de milieux liquides. De tels micro-organismes peuvent être des bactéries, des virus ou des algues. La définition de ces micro-organismes comprend des êtres uni- et pluricellulaires, en particulier des algues, pouvant être présents dans différents milieux liquides, de préférence aqueux tels que des piscines, des réservoirs d'eau, des aquariums, des circuits industriels de refroidissement telles que des tours de refroidissement, etc.

On entend également par "milieu liquide" des liquides physiologiques pouvant être administrés à l'homme ou l'animal, ou extraits de l'homme ou de l'animal et réinjectés à celui-ci après traitement (traitement ex vivo de liquides physiologiques tels que le sang, le sérum, le liquide céphalo-rachidien, etc.), comme décrit dans le brevet américain US-5401237 incorporé ici par référence.

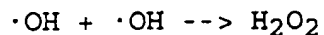
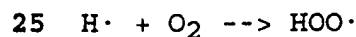
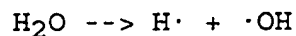
On entend par "hautes fréquences", des fréquences comprises entre 100 kHz et plusieurs MHz. De préférence, les hautes fréquences utilisées sont comprises entre 200 kHz et 10 MHz.

5 De préférence, ledit émetteur 3 de microbulles de gaz 5 est disposé à la base 11 du compartiment 2, c'est-à-dire dans la partie inférieure du compartiment 2, de manière à ce que les microbulles se déplacent par remontée naturelle ou entraînement du gaz
10 dans le flux de liquide.

Avantageusement, les microbulles de gaz sont des microbulles d'air, d'ozone ou d'oxygène.

Selon l'invention, lesdits micro-organismes semblent être éliminés par la production dans leur
15 environnement de radicaux de type $H\cdot$, $\cdot OH$ et $HOO\cdot$ susceptibles également de former de l' H_2O_2 , cette molécule et/ou ces radicaux étant toxiques pour ces micro-organismes et provoquant ainsi leur inactivation et/ou leur destruction.

20 Les espèces créées proviendraient des réactions des ultrasons de hautes fréquences sur la molécule d'eau qui pourraient provoquer (en particulier en présence d'oxygène) les réactions suivantes :



De manière avantageuse, l'énergie nécessaire pour produire les espèces toxiques est réduite si l'on
30 travaille en présence de ces microbulles.

En effet, il semblerait que l'injection de microbulles dans le champ des ultrasons provoque une augmentation du phénomène de sonoluminescence, par la superposition des microbulles aux bulles de cavitation
5 provoquées par les ultrasons, ce qui semble multiplier le nombre d'espèces excitées et toxiques.

Ce phénomène est massivement observé lorsque l'on combine de manière synergique le traitement des ultrasons en présence des microbulles d'une taille
10 adéquate.

Ce phénomène est accentué par la fragmentation des microbulles 5 créées lorsqu'elles passent dans le champ des ultrasons 4, en particulier lorsque le dispositif comporte plusieurs émetteurs successifs le long
15 de la paroi du compartiment 2, qui assurent une plus grande fragmentation des microbulles et ce, de manière progressive.

Ces caractéristiques sont notamment illustrées par les tests comparatifs des figures 3 à 5
20 annexées.

Les figures 3 et 4 reprennent un comptage des algues de type *selenastrum capricornutum*. On observe que ces algues placées dans des conditions optimales de culture voient leur potentiel de récupération (recovery threshold)
25 inhibé lorsqu'elles sont traitées par le dispositif de l'invention (avec injection de microbulles (figure 3) et sans injection de microbulles (figure 4)). Pour une puissance ultrasonore donnée, l'efficacité du traitement est proportionnelle au temps de séjour dans le
30 compartiment, et par conséquent, inversement proportionnelle au débit.

La figure 5 démontre, par rapport à un blanc de référence (traité dans toutes conditions de concentration, débit, température et bullage égales mais sans ultrasons), l'effet des ultrasons. On observe qu'un
5 traitement par ultrasons mais sans injection de microbulles ne provoque pas d'inhibition de la croissance ni de diminution du nombre d'algues dans le milieu liquide.

En outre, le dispositif présente l'avantage qu'il n'y a pas lieu de dédicacer les ultrasons dans des
10 zones particulières, car on constate que le système de traitement fonctionne par diffusion des produits formés in situ (par exemple radicaux et H_2O_2 formés) vers le réservoir 6 de milieu aqueux à traiter.

En outre, l'émetteur 1 d'ultrasons 4 du
15 dispositif de l'invention est orienté de manière à ne pas provoquer de phénomènes d'ondes stationnaires, c'est-à-dire qu'il est orienté en oblique par rapport à l'axe 9 du compartiment 2 (angle aigu non perpendiculaire par rapport à cet axe 9) et par rapport au flux de liquide et au débit
20 de microbulles 5 (voir figure 2). Cette caractéristique permet que toutes les microbulles 5 du compartiment 2 soient traitées de manière statistiquement identique, sans créer de zones stationnaires dans ledit compartiment 2.

Selon une forme d'exécution préférée de
25 l'invention, le dispositif comprend également un émetteur de lumière 12 vers l'intérieur du compartiment 2 dans le champ des ultrasons 4, c'est-à-dire un émetteur de rayonnement électromagnétique dont la majorité de la fréquence est dans le visible. Cependant, pour certaines
30 applications, de manière à éliminer certains micro-organismes particuliers, il peut être avantageux d'émettre également un rayonnement électromagnétique dont certaines

fréquences correspondent au rayonnement ultraviolet (de type UVA, UVB ou UVC) ou d'autres types d'émissions énergétiques tels que infrarouge, laser, micro-ondes, etc.

En effet, les Inventeurs ont observé de
5 manière inattendue qu'un traitement comprenant l'émission de microbulles dans les champs combinés des ultrasons et du rayonnement lumineux, était particulièrement efficace pour obtenir une inactivation et une élimination des micro-organismes, en particulier des algues, présents dans le
10 milieu liquide. Le phénomène de sonoluminescence peut favoriser la production d'espèces oxygénées extrêmement actives telles que le radical superoxyde ou l'oxygène de type singulet, qui sont responsables de toute une série de réactions biochimiques, extrêmement toxiques pour certains
15 micro-organismes.

Il est connu qu'un tel phénomène peut être produit en présence de molécules dites photosensibilisatrices de manière à provoquer une action anti-tumorale sur certaines cellules cancéreuses (Umemura
20 S.I., Japanese J. of Cancer Res., 81, pp. 962-966 (1990)). De telles molécules sont notamment des porphyrines, des chlorines, des tétracyclines, du bleu de méthylène, de la fluorescéine, de l'acridine, de la rhodamine, etc. Ces agents actifs sont injectés dans l'organisme ou administrés
25 par voie orale pour être ensuite activés par sonoluminescence et produire ainsi l'oxygène de type singulet qui à son tour joue un rôle capital, notamment dans les processus biochimiques dus au stress oxydatif. L'action de l'oxygène singulet est d'oxyder les divers
30 composants des cellules que sont les protéines, les lipides, les acides aminés et les nucléotides.

Selon la présente invention, il n'est pas toujours nécessaire d'ajouter dans le milieu à traiter un agent photosensibilisateur. En effet, les Inventeurs ont observé de manière inattendue que cet effet pouvait être
5 produit in situ sur certains micro-organismes, notamment des algues, ou certaines cellules, en particulier des cellules non différenciées telles que des cellules tumorales présentes dans des liquides physiologiques tels que le sang, contenant déjà ces molécules
10 photosensibilisatrices.

Dans le cas où l'on traite un liquide physiologique humain ou animal, le dispositif de la présente invention peut ne pas comporter de réservoir 6 et être directement relié au corps humain ou animal duquel le
15 liquide physiologique est prélevé et réinjecté par un procédé de traitement extra-corporel du corps humain ou animal.

Selon une forme d'exécution préférée de l'invention, telle que représentée à la figure 1, le
20 dispositif comprend, placé entre le réservoir 6 et le compartiment 2, un moyen de traitement électromagnétique 13 du milieu aqueux. Ce moyen 13 est donc séparé du compartiment 2 et placé en amont de celui-ci par rapport au flux du milieu aqueux à traiter.

25 On entend par "moyen de traitement électromagnétique d'un milieu aqueux", tout appareillage permettant de modifier, voire orienter, la formation de cristaux (modification de la morphologie des cristaux).

Un tel appareillage est notamment décrit dans
30 la demande de brevet européen EP-0515346, incorporée ici par référence, qui décrit un générateur permettant de contrôler la nucléation et/ou la croissance de cristaux

et/ou leur morphologie. Ce document décrit un exemple particulier permettant d'orienter les cristaux de carbonate de calcium vers une forme dendritique, ces cristaux étant dans ce cas dans une forme inapte à former des
5 incrustations de tartre (dans les canalisations, échangeurs, etc.).

Un tel moyen de traitement électromagnétique du milieu aqueux permet, lorsque l'on soumet ledit milieu aqueux à l'action d'un champ créé entre au moins deux
10 moyens de transfert (de manière à modifier la nucléation et/ou la formation et/ou la croissance de cristaux, en particulier de carbonate de calcium), au moins un desdits moyens de transfert recevant des signaux électriques sensiblement rectangulaires comprenant une première phase
15 dans laquelle le signal est voisin d'un niveau inférieur et une deuxième phase dans laquelle le signal est voisin d'un niveau supérieur, lesdits signaux présentant, lorsqu'ils sont voisins du niveau inférieur ou du niveau supérieur, une série de variations amorties.

20 De façon avantageuse, les signaux correspondent à la superposition d'une onde rectangulaire de fréquence inférieure à 100000 Hz, de préférence comprise entre 1000 et 30000 Hz, et d'une onde sinusoïdale amortie de fréquence inférieure à 100000 Hz, de préférence comprise
25 entre 1 MHz et 15 MHz, et l'amortissement de l'onde sinusoïdale est telle qu'après 5 périodes de ladite onde, l'amplitude de la variation est inférieure à 10% de celle de la variation initiale.

Dans une forme d'exécution particulière de
30 l'invention, pour chaque phase de l'onde rectangulaire, cette dernière est associée à une seule onde sinusoïdale amortie, la fréquence de l'onde amortie étant supérieure à

celle de l'onde rectangulaire et l'onde amortie étant émise pour chaque phase de l'onde rectangulaire, le temps de vie de l'onde amortie étant compris entre 10 ns et 500 μ s, de préférence entre 100 ns ET 100 μ s.

5 Dans un exemple de réalisation particulier, la différence de potentiel existant entre le niveau inférieur et le niveau supérieur de l'onde rectangulaire est comprise entre 5 et 200 V, de préférence entre 12 et 60 V, tandis que les ondes amorties sont des ondes dont les
10 variations sont situées dans une bande s'étendant entre un niveau minimum et un niveau maximum, la différence de potentiel entre lesdits niveaux étant comprise entre 1 et 60 V, de préférence entre 10 et 35 V.

Ledit moyen de traitement électromagnétique
15 d'un milieu aqueux peut être également l'appareillage tel que décrit dans le brevet américain US-4879045 incorporé ici par référence.

Les Inventeurs ont découvert de manière inattendue que le dispositif de l'invention, comprenant un
20 moyen assurant un traitement électromagnétique du milieu liquide disposé en amont des éléments assurant un traitement du milieu aqueux par microbullage dans un champ d'ultrasons de hautes fréquences, permet d'obtenir une large plage de sursaturation en sels du milieu liquide
25 avant que le phénomène de cristallisation n'apparaisse.

On entend par "sursaturation en sels", la possibilité d'augmenter la concentration en sels du milieu aqueux (au-delà de la concentration correspondant au produit de solubilité des sels) sans obtenir une
30 précipitation desdits sels.

Par exemple, lesdits sels sont constitués par du carbonate de calcium présent dans le milieu aqueux, qui

peut être apporté via un raccordement du milieu aqueux à de l'eau du réseau de captage et de distribution ou par ajout desdits sels dans le milieu liquide.

Cette quantité importante de sels présente dans le milieu aqueux peut également être obtenue par une évaporation partielle de l'eau, ce phénomène étant particulièrement important dans les tours de refroidissement.

Le milieu liquide peut également comprendre une sursaturation en d'autres sels, tels que des phosphates ou des sulfates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, etc.

De manière inattendue, les Inventeurs ont observé qu'il est possible d'obtenir une concentration en sels, en particulier en carbonate de calcium, dans le milieu liquide traité, à des concentrations 10 fois supérieures à la saturation (dissolution maximale avant précipitation).

De manière avantageuse, on observe également que l'eau ainsi traitée reste limpide.

Un tel dispositif permet de développer des systèmes anti-tartre, de produire des eaux sursaturées en sels, de provoquer des effets biotoxiques sur certains micro-organismes dus à la présence d'eau sursaturée en certains sels, etc.

Un tel dispositif permet également d'obtenir des milieux concentrés sans précipitation et créer des réactions chimiques particulières par adjonction de réactifs.

De manière inattendue, les Inventeurs ont découvert que pour obtenir de manière optimale ce phénomène de sursaturation en sels des milieux aqueux traités, il est

nécessaire que le dispositif de traitement électromagnétique soit séparé du compartiment où se fait l'émission de microbulles dans le champ d'ultrasons, et de préférence qu'il la précède.

5 Le dispositif selon la présente invention peut comprendre, disposés entre le réservoir 6 contenant le milieu liquide à traiter et le tube 2, une pompe 7 assurant la circulation du milieu liquide, ainsi que des moyens de récupération, de préférence par filtration, centrifugation
10 ou précipitation (tels que des cyclones, etc.), des micro-organismes et/ou des sels présents dans le milieu liquide.

Un autre aspect de la présente invention concerne l'utilisation du dispositif selon l'invention pour neutraliser et/ou éliminer les micro-organismes, en
15 particulier des algues, présents dans un milieu liquide à traiter.

On entend par "neutralisation et/ou élimination d'un micro-organisme", la réduction ou le maintien en-dessous d'un niveau de concentration (variant
20 pour chaque micro-organisme et chaque milieu liquide) des micro-organismes susceptibles de se multiplier dans ce milieu liquide.

Un dernier aspect de la présente invention concerne l'utilisation du dispositif selon l'invention pour
25 provoquer une sursaturation en sels du milieu liquide, de préférence du milieu aqueux, c'est-à-dire obtenir des concentrations en sels supérieures à la solubilité naturelle de ces sels dans le milieu liquide, de préférence une concentration 5 fois, voire 10 fois, supérieure à la
30 solubilité naturelle de ces sels.

Les milieux sursaturés ainsi obtenus permettent leur utilisation pour provoquer des réactions

chimiques particulières par adjonction de réactifs, conférant aux produits formés des caractéristiques originales (taille, forme, surface spécifique, etc.). Les réactifs ajoutés peuvent être solides, liquides, gazeux ou

5 constitués de mélanges hétérogènes.

REVENDICATIONS

1. Dispositif de traitement d'un milieu liquide, caractérisé en ce qu'il comprend, communiquant avec un réservoir (6) du milieu liquide à traiter, un
5 compartiment (2) comportant un émetteur (1) d'ultrasons de hautes fréquences (4) émis vers l'intérieur du compartiment (2) et un émetteur (3) de microbulles (5) présentant un diamètre moyen inférieur à 1 mm, lesdits émetteurs étant
10 (5) dans le champ des ultrasons (4) émis dans le compartiment (2).

2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que le diamètre moyen des microbulles (5) est inférieur à 50 μ m.

15 3. Dispositif selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'émetteur (3) de microbulles (5) est disposé à la base (11) du compartiment (2) et que les microbulles (5) se déplacent par remontée naturelle ou entraînement des microbulles de gaz dans le milieu liquide
20 à traiter.

4. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'émetteur d'ultrasons (1) est disposé par rapport au compartiment (2) de manière à ce que les ultrasons (4) émis
25 n'engendrent pas de phénomène de champ stationnaire.

5. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le compartiment (2) comporte également un émetteur (12) de lumière émise dans le champ des ultrasons (4) et dont le
30 rayonnement électromagnétique est majoritairement dans le visible.

6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte, placé entre le réservoir (6) et le compartiment (2), un moyen de traitement électromagnétique (13) du milieu liquide de manière à modifier la nucléation et/ou la formation et/ou la croissance de cristaux de sels, par soumission du milieu liquide à l'action d'un champ créé entre au moins deux moyens de transfert recevant des signaux électriques sensiblement rectangulaires, comprenant une première phase dans laquelle le signal est voisin d'un niveau inférieur et une deuxième phase dans laquelle le signal est voisin d'un niveau supérieur, lesdits signaux présentant, lorsqu'ils sont voisins des signaux inférieur ou supérieur, une série de variations amorties.

7. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte un ou plusieurs moyens, tels qu'un filtre ou un cyclone, permettant de recueillir les micro-organismes et/ou les sels présents dans le milieu aqueux traité.

8. Utilisation du dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, pour neutraliser, éliminer et/ou empêcher le développement de cellules non différenciées et/ou de micro-organismes présents dans un milieu liquide, de préférence un milieu aqueux.

9. Utilisation selon la revendication 8, caractérisée en ce que les micro-organismes sont choisis parmi le groupe constitué par les bactéries, les virus et/ou les algues.

10. Utilisation selon la revendication 8, caractérisé en ce que les cellules non différenciées sont des cellules cancéreuses et/ou des cellules de la moelle

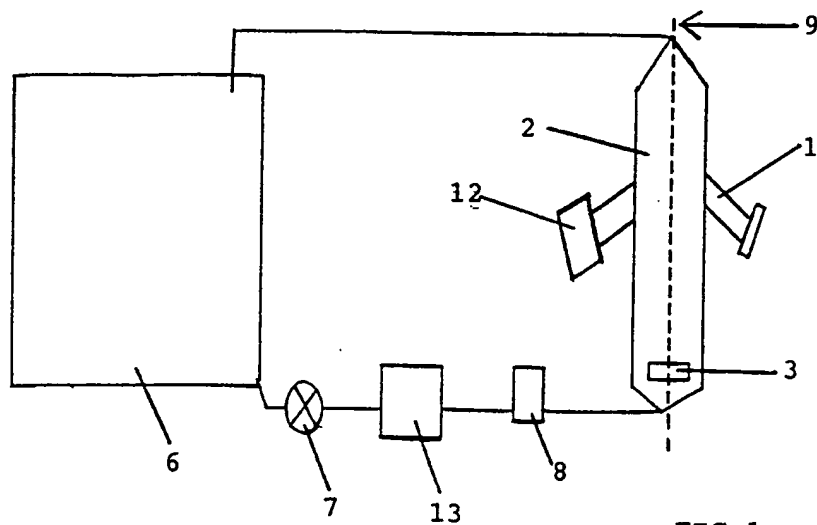
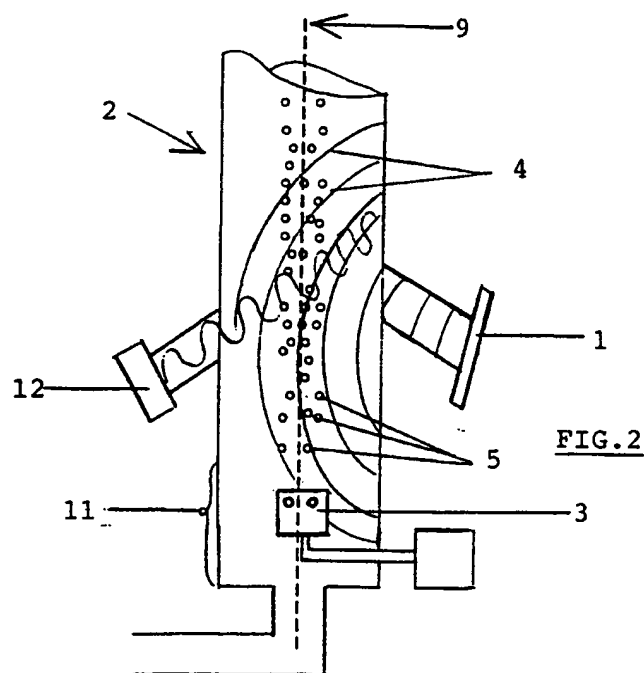
osseuse.

11. Utilisation du dispositif selon la revendication 6 ou 7, pour provoquer une sursaturation en sels du milieu liquide.

5 12. Utilisation selon la revendication 11, caractérisée en ce que la sursaturation en sels du milieu aqueux consiste à obtenir une concentration en sels supérieure à la solubilité naturelle de ces sels dans le milieu liquide, de préférence 5 fois, voire 10 fois,
10 supérieure à la solubilité naturelle de ces sels dans le milieu liquide.

13. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, pour provoquer par adjonction de réactifs au milieu liquide traité des réactions chimiques,
15 des réactions de précipitation ou des réactions de cristallisation.

14. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 8 à 13, caractérisée en ce que le milieu liquide est un milieu aqueux.

FIG.1FIG.2

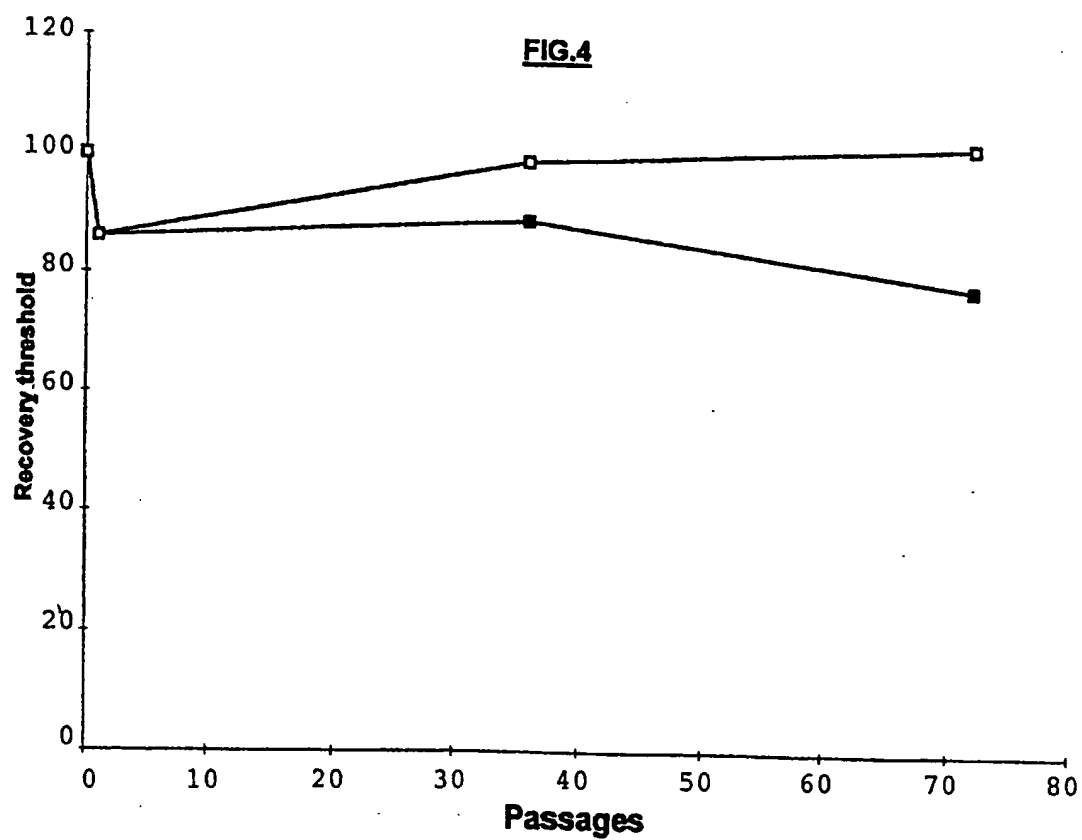
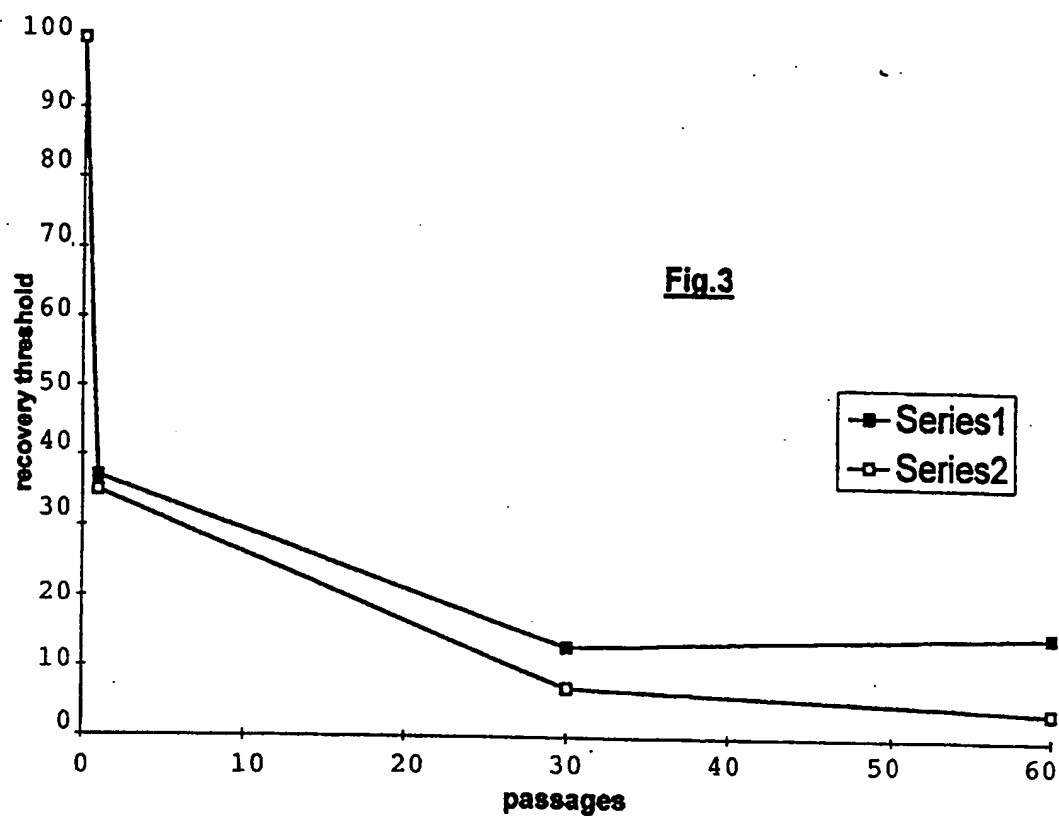
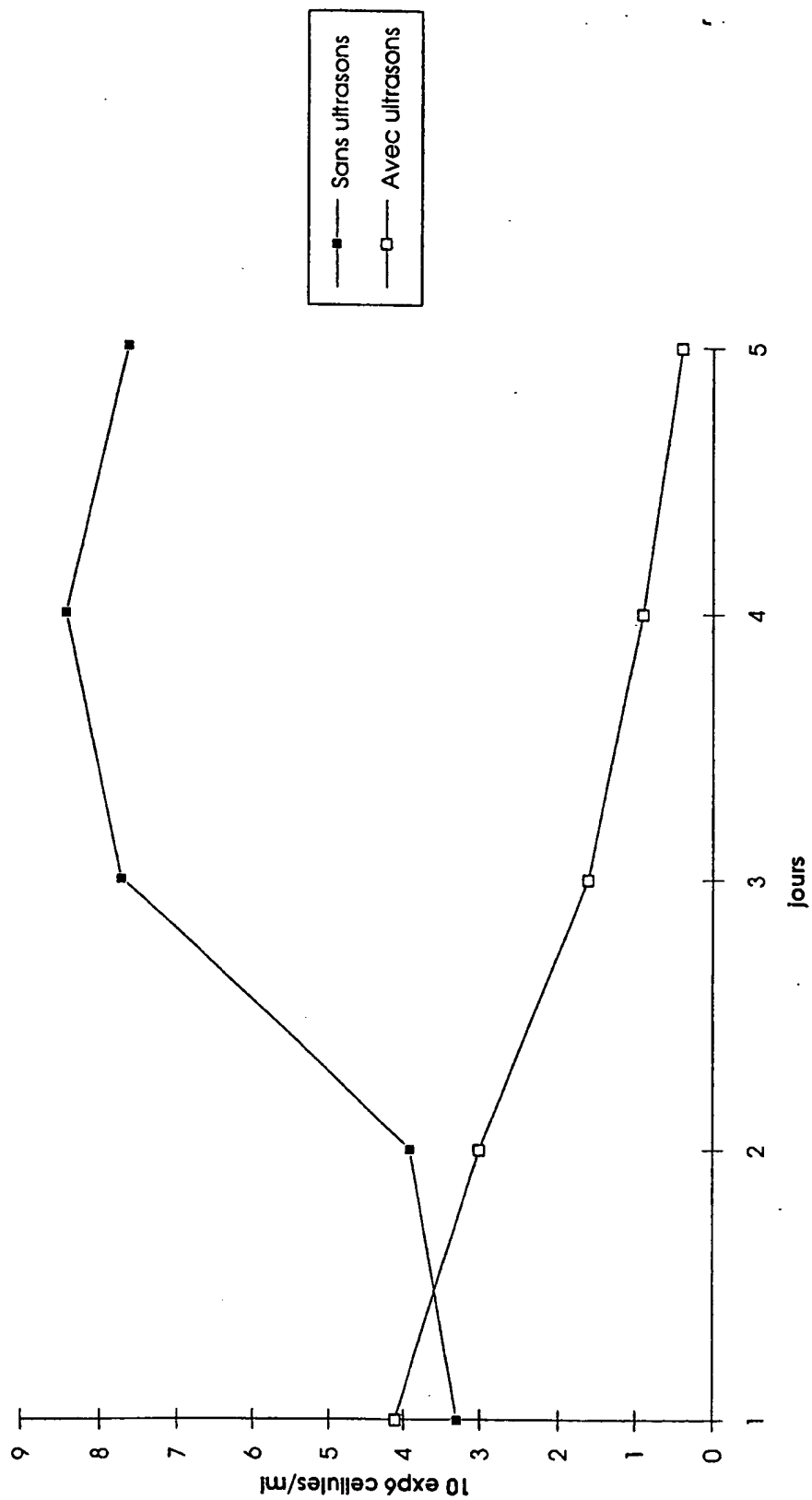


Fig.5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/BE 97/00078

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C02F1/36 C02F1/32 C02F1/48 C02F1/72 A61L2/02
B01J19/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C02F A61L B01J B01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 577 871 A (SARTORI) 12 January 1994	1,2,8,9, 14
Y	see page 2, line 47 - page 3, line 10	4,6
	see page 3, line 42 - line 51	
	see page 5, line 8 - line 12	
	see page 5, line 42 - line 44	
A	see claim 10	5
	see figure; example 3	

Y	US 3 672 823 A (BOUCHER) 27 June 1972	4
A	see figures 1,2	5

Y	EP 0 515 346 A (DELFORGE) 25 November 1992	6
	cited in the application	
	see claims	

	-/--	



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

2 October 1997

Date of mailing of the international search report

16.10.97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Ruppert, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/BE 97/00078

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 661 090 A (HAMAMATSU PHOTONICS KK) 5 July 1995 see the whole document ---	1-4,14
A	US 2 717 874 A (VERAIN) 13 September 1955 cited in the application see the whole document ---	1,3,8,9, 14
A	EP 0 680 779 A (BOC GROUP PLC) 8 November 1995 see the whole document ---	1,2,14
A	DE 44 30 587 A (SCHULZ) 22 February 1996 see column 7, line 31 - line 36 ---	1,7-9,14
A	US 4 003 832 A (HENDERSON ET AL) 18 January 1977 see claims; figure 16 see column 22, line 48 - line 63 ---	1,3,8,9, 14
A	WO 80 00226 A (SONIC CLEAN) 21 February 1980 see page 2, line 22 - line 32 ---	1,6,11, 12
A	DMITRIEVA ET AL: "The Simultaneous Effect of Two Acoustic Vibration Frequencies on the Rates of Sonochemical Reactions" RUSSIAN JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY, vol. 59, no. 10, 1985, pages 2620-2623, XP002042376 see the whole document -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/BE 97/00078

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0577871 A	12-01-94	CA 2056244 A US 5130032 A	27-05-93 14-07-92
US 3672823 A	27-06-72	CA 930924 A	31-07-73
EP 0515346 A	25-11-92	BE 1004921 A DE 69208521 D	23-02-93 04-04-96
EP 0661090 A	05-07-95	JP 8089772 A US 5585044 A	09-04-96 17-12-96
US 2717874 A	13-09-55	BE 502841 A CH 293126 A DE 859879 C FR 1027760 A GB 698287 A NL 78480 C	21-05-53
EP 0680779 A	08-11-95	AU 1641795 A CZ 9501038 A PL 308456 A SK 46795 A ZA 9503513 A	09-11-95 17-01-96 13-11-95 07-02-96 08-02-96
DE 4430587 A	22-02-96	NONE	
US 4003832 A	18-01-77	AT 337112 B BE 821971 A BR 7500018 A CH 593870 A DE 2455633 A EG 11531 A FR 2256904 A GB 1495755 A JP 50098153 A NL 7414774 A SE 422454 B SE 7500092 A	10-06-77 07-05-75 04-11-75 15-12-77 10-07-75 31-12-77 01-08-75 21-12-77 04-08-75 09-07-75 08-03-82 08-07-75
WO 8000226 A	21-02-80	CA 1122921 A	04-05-82

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/BE 97/00078

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 8000226 A		FR 2431461 A	15-02-80
		GB 2039875 A,B	20-08-80
		NL 7920020 A	30-05-80
		NL 7920020 T	30-05-80
		SE 8002145 A	19-03-80

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dr. de internationale No
PCT/BE 97/00078

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 6 C02F1/36 C02F1/32 C02F1/48 C02F1/72 A61L2/02 ,
B01J19/10

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 C02F A61L B01J B01F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 0 577 871 A (SARTORI) 12 janvier 1994	1,2,8,9, 14
Y	voir page 2, ligne 47 - page 3, ligne 10	4,6
	voir page 3, ligne 42 - ligne 51	
	voir page 5, ligne 8 - ligne 12	
	voir page 5, ligne 42 - ligne 44	
A	voir revendication 10	5
	voir figure; exemple 3	
Y	US 3 672 823 A (BOUCHER) 27 juin 1972	4
A	voir figures 1,2	5
Y	EP 0 515 346 A (DELFORGE) 25 novembre 1992	6
	cité dans la demande	
	voir revendications	
	--- -/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

2 octobre 1997

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16. 10. 97

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Ruppert, G

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Der le Internationale No

PCT/BE 97/00078

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 661 090 A (HAMAMATSU PHOTONICS KK) 5 juillet 1995 voir le document en entier ---	1-4,14
A	US 2 717 874 A (VERAIN) 13 septembre 1955 cité dans la demande voir le document en entier ---	1,3,8,9, 14
A	EP 0 680 779 A (BOC GROUP PLC) 8 novembre 1995 voir le document en entier ---	1,2,14
A	DE 44 30 587 A (SCHULZ) 22 février 1996 voir colonne 7, ligne 31 - ligne 36 ---	1,7-9,14
A	US 4 003 832 A (HENDERSON ET AL) 18 janvier 1977 voir revendications; figure 16 voir colonne 22, ligne 48 - ligne 63 ---	1,3,8,9, 14
A	WO 80 00226 A (SONIC CLEAN) 21 février 1980 voir page 2, ligne 22 - ligne 32 ---	1,6,11, 12
A	DMITRIEVA ET AL: "The Simultaneous Effect of Two Acoustic Vibration Frequencies on the Rates of Sonochemical Reactions" RUSSIAN JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY, vol. 59, no. 10, 1985, pages 2620-2623, XP002042376 voir le document en entier -----	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Der le Internationale No

PCT/BE 97/00078

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0577871 A	12-01-94	CA 2056244 A US 5130032 A	27-05-93 14-07-92
US 3672823 A	27-06-72	CA 930924 A	31-07-73
EP 0515346 A	25-11-92	BE 1004921 A DE 69208521 D	23-02-93 04-04-96
EP 0661090 A	05-07-95	JP 8089772 A US 5585044 A	09-04-96 17-12-96
US 2717874 A	13-09-55	BE 502841 A CH 293126 A DE 859879 C FR 1027760 A GB 698287 A NL 78480 C	21-05-53
EP 0680779 A	08-11-95	AU 1641795 A CZ 9501038 A PL 308456 A SK 46795 A ZA 9503513 A	09-11-95 17-01-96 13-11-95 07-02-96 08-02-96
DE 4430587 A	22-02-96	AUCUN	
US 4003832 A	18-01-77	AT 337112 B BE 821971 A BR 7500018 A CH 593870 A DE 2455633 A EG 11531 A FR 2256904 A GB 1495755 A JP 50098153 A NL 7414774 A SE 422454 B SE 7500092 A	10-06-77 07-05-75 04-11-75 15-12-77 10-07-75 31-12-77 01-08-75 21-12-77 04-08-75 09-07-75 08-03-82 08-07-75
WO 8000226 A	21-02-80	CA 1122921 A	04-05-82

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

PCT/BE 97/00078

Formulaire PCT/ISA/210 (annexe familles de brevets) (juillet 1992)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.